

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

- 3.1.1 เตรียมไคโตแซนแบบเม็ดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-3 มิลลิเมตร และทดสอบสมบัติทางกายภาพ
- 3.1.2 ศึกษาภาวะและกลไกที่เหมาะสมในการใช้ไคโตแซนดูดซับสารหนูในรูปอาร์ซีนิต [As(V)]
- 3.1.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพของไคโตแซนแบบเม็ดระหว่างน้ำเสียสังเคราะห์และน้ำเสียที่มีสารหนูปนเปื้อน
- 3.1.4 ศึกษาวิธีการกำจัดไคโตแซนที่ใช้งานแล้ว โดยวิธี Leaching test

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

3.2.1 ไคโตแซน

ไคโตแซน	คุณสมบัติ
Grade	Commercial
Raw material	Fresh Shrimp shell
Appearance	White to Yellow
Moisture content	Less than 10 %
Ash Content	Less than 1.0 %
Solubility	More than 99.9 %
Turbidity	Less than 50 NTUs
Viscosity	Less than 500 (mPa.s (cPs))
Molecular weight	50,000-300,000
Deacetylation	90 %
Particle size	60 mesh

3.2.2 สารเคมี

ลำดับ	สารเคมี	คุณสมบัติ
1.	Acetic acid 99 % (CH_3COOH)	Analytical Reagent Grade
2.	Acetone ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)	Commercial Reagent Grade
3.	Arsenic acid (H_3AsO_4)	Standard Solution Analytical Reagent Grade
4.	Chloroform (CHCl_3)	Commercial Reagent Grade
5.	Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)	Analytical Reagent Grade
6.	Hydrochloric acid 38 % (HCL)	Analytical Reagent Grade
7.	Nitric acid 65 % (HNO_3)	Analytical Reagent Grade
8.	Phosphoric acid 85 % (H_3PO_4)	Analytical Reagent Grade
9.	Sodium hydroxide (NaOH)	Analytical Reagent Grade
10.	Sodium nitrate (NaNO_3)	Analytical Reagent Grade
11.	Sodium Sulphate (Na_2SO_4)	Analytical Reagent Grade
12.	Sulfuric acid (H_2SO_4)	Analytical Reagent Grade

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย	ยี่ห้อ : รุ่น
1.	เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 5 ตำแหน่ง	Denver : TC-254
2.	เครื่องเขย่า (shaker)	Labcon
3.	pH meter	Metrohm
4.	Hydride Generation Atomic Absorption Spectroscopy	Varian : VGA - 77
5.	เครื่อง Total Organic Carbon Analyzer	SHIMADZU : TOC-5000
6.	เครื่อง Scanning Electron Microscope	JEOL : JSM-5410LV
7.	เครื่อง BET surface area and pore-size distribution	ASAP 2000
8.	อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป	

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยนี้ได้เลือกค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.1 เพื่อเป็นแนวทางนำไปประยุกต์ใช้กำจัดอาร์ซีนิดที่มีปริมาณน้อยในแหล่งน้ำ

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์ต่างๆ	ช่วงที่ทำการศึกษา
1	ความเข้มข้นของสารละลายอาร์ซีนิด	0.00, 0.05, 0.1, 0.5, 1 และ 2 mg/L
2	ปริมาณโคโคแซน	0.1, 0.5, 1 และ 2 กรัม
3	พีเอช (pH)	4 – 10
4	เวลาสัมผัส	1, 3, 6, 12, 24, 36 และ 48 ชั่วโมง
5	ionic strength (NaNO ₃)	0.00, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 และ 0.1 mol/L
6	แอนไอออน (SO ₄ ²⁻)	0.0, 0.5, 1 และ 2 mg/L

หมายเหตุ

เหตุผลที่เลือกความเข้มข้นของสารละลายอาร์ซีนิดและปริมาณของโคโคแซนในช่วงที่ทำการศึกษา เนื่องจากสารหนูในรูปอาร์ซีนิด [As(V)] เป็นสารหนูที่ละลายน้ำได้ง่าย และสามารถเป็นตัวแทนสารหนูที่พบได้ในแหล่งน้ำธรรมชาติ โคโคแซนที่เลือกใช้เป็นเกรดทางการค้า (Commercial grade) เพื่อที่โคโคแซนจะได้มีคุณภาพเดียวกันและมีสมบัติที่เหมาะสมในการใช้กำจัดสารหนู ค่าพีเอช (pH) ที่เลือกเนื่องจากในแหล่งน้ำในธรรมชาติมีค่าพีเอชอยู่ในช่วง 6-8.5 และประเภทของอาร์ซีนิดที่อยู่ในแหล่งน้ำโดยทั่วไปจะอยู่ในรูปของ H₂AsO₄⁻ และ HAsO₄²⁻ ในช่วงพีเอช 3-6 และ 8-10 ตามลำดับ การเติม NaNO₃ และ แอนไอออน (SO₄²⁻) เพื่อที่จะเป็นตัวแทนของประจุของไอออนอื่นๆในแหล่งน้ำว่ามีอิทธิพลต่อการดูดซับอาร์ซีนิดหรือไม่

3.4.1 การเตรียมการทดลอง

3.4.1.1 เตรียมสารละลายอาร์ซีเนตที่ความเข้มข้น 0.00 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L)

โดยนำสารละลายอาร์ซีนิกมาตรฐานที่ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาเตรียมสารละลายอาร์ซีนิตที่ความเข้มข้น 0.00 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

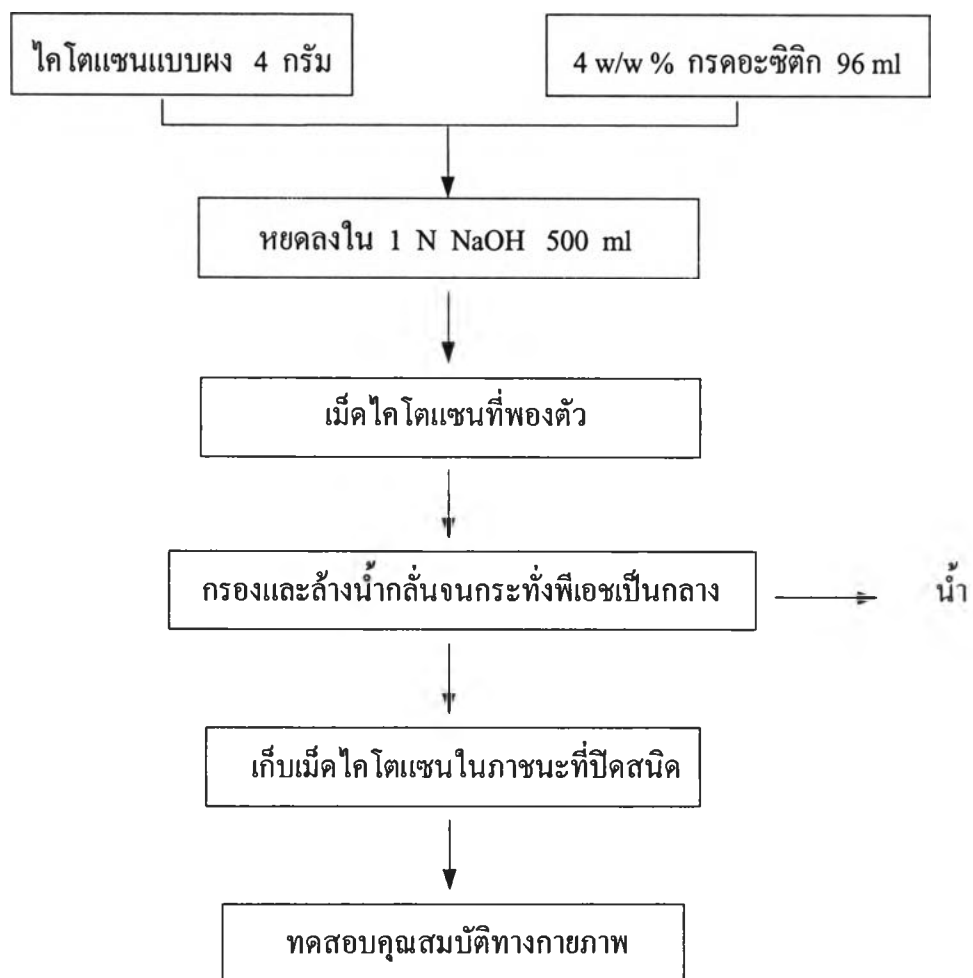
3.4.1.2 การเตรียมโคโตเซนแบบเม็ด (ประยุกต์ตามวิธีของ Rorrer *et al.*, 1993)

โคโตเซนแบบเม็ด เตรียมโดยนำโคโตเซนแบบผงมา 4 กรัม ละลายใน 4 % โดยน้ำหนักของกรดอะซิติก 96 มิลลิลิตร จากนั้นหยดสารละลายโคโตเซนลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ ความเข้มข้น 1 N 500 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 16 ชั่วโมง กรองและล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งพีเอชเป็นกลาง จะได้เม็ดโคโตเซนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 - 3 มิลลิเมตร ทดสอบสมบัติทางกายภาพของโคโตเซนแบบเม็ด โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ทดสอบการละลายในสารละลายชนิดต่างๆ กำหนดเปอร์เซ็นต์ความชื้น (Moisture content, %) ของโคโตเซนแบบเม็ด หาพื้นที่ผิวและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนด้วยเครื่อง BET surface area and pore-size distribution ดังสมการที่ 3.1 และแผนภูมิการเตรียมโคโตเซนแบบเม็ดแสดงในรูปที่ 3.1

$$\% \text{ Moisture content} = (W1 - W2) \times 100 / W1 \quad (3.1)$$

โดยที่

W1	=	น้ำหนักเปียกของโคโตเซนแบบเม็ด (กรัม)
W2	=	น้ำหนักแห้งของโคโตเซนแบบเม็ด (กรัม)



รูปที่ 3.1 แผนภูมิการเตรียมไอโอดีนแบบเม็ด

3.4.2 ศึกษาภาวะและกลไกที่เหมาะสมในการใช้ไคโตแซนดูดซับสารหนูในรูปอาร์ซีนิต [As(V)]

3.4.2.1 ศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่เหมาะสมในการดูดซับ

เตรียมสารละลายอาร์ซีนิตความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับให้มีพีเอช 6 (ใช้ 1 N H₂SO₄ และ 1 N NaOH) เติมไคโตแซน 0.1 กรัม นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่า 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 , 3 , 6 , 12 , 24 , 36 และ 48 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง กรองไคโตแซนและนำสารละลายที่ได้มาวัด Hydride Generation Atomic Adsorption Spectroscopy (HG-AAS) ตามวิธีของ ASTM : D 2972-93 (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ก) เพื่อหาปริมาณอาร์ซีนิตที่เหลืออยู่ จากนั้นนำมาคำนวณค่าความสามารถในการดูดซับของไคโตแซน (Adsorption capacity of chitosan : q) ดังสมการที่ 3.2 (Bassi *et al.*, 2000) และคำนวณประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู (Arsenic removal, %) ดังสมการที่ 3.3 เปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกเวลาสัมผัสที่เหมาะสม

$$q = (C_o - C_e)V/m \quad (3.2)$$

$$\% \text{ Arsenic removal} = (C_o - C_e) \times 100 / C_o \quad (3.3)$$

โดยที่	q	=	ความสามารถในการดูดซับของไคโตแซน (mg/g)
	C _o	=	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายอาร์ซีนิต (mg/L)
	C _e	=	ความเข้มข้นที่สมดุลของสารละลายอาร์ซีนิต (mg/L) หรือ ความเข้มข้นสุดท้ายของสารละลายอาร์ซีนิต ที่นำไปวัดด้วยเครื่อง HG-AAS (mg/L)
	V	=	ปริมาตรของสารละลาย (L)
	m	=	น้ำหนักของไคโตแซน(g)

3.4.2.2 ศึกษาผลของพีเอชและความเข้มข้นของสารละลายอาร์ซิเนตที่เหมาะสมในการดูดซับ

เตรียมสารละลายอาร์ซิเนตที่ความเข้มข้น 0.00 , 0.05 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิตร นำไปปรับให้มี พีเอช 4 , 6 , 8 และ 10 เดิมโคโคแซน 0.1 กรัม นำขวดทั้งหมดไปเขย่าบนเครื่องเขย่าตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.1 เปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกค่าพีเอชที่เหมาะสม และทำเปรียบเทียบกรณีที่ไม่มีการเขย่าสารละลาย ในภาวะเดียวกับผลการทดลองของค่าพีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับ

3.4.2.3 ศึกษาปริมาณโคโคแซนที่เหมาะสมต่อการดูดซับ

เตรียมสารละลายอาร์ซิเนตที่ความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิตร ปรับพีเอชตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.2 เดิมโคโคแซน 0.0 , 0.1 , 0.5 , 1 และ 2 กรัม ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.2 และ เปรียบเทียบผลการดูดซับและหาปริมาณโคโคแซนที่เหมาะสมต่อการดูดซับ

3.4.2.4 ศึกษาอิทธิพลของ ionic strength ต่อความสามารถในการดูดซับ

เตรียมสารละลายอาร์ซิเนตที่ความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร และเตรียมสารละลายโซเดียมไนเตรทให้มีความเข้มข้น 0.00 , 0.02 , 0.04 , 0.06 , 0.08 และ 0.1 โมลต่อลิตร ให้ปริมาตรสุทธิแต่ละความเข้มข้นเท่ากับ 100 มิลลิตร ปรับพีเอชและเดิมโคโคแซนตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.3 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.2 และ เปรียบเทียบผลของ ionic strength ต่อความสามารถในการดูดซับ

3.4.2.5 ศึกษาอิทธิพลของแอนไอออน (SO_4^{2-}) ต่อความสามารถในการดูดซับ

เตรียมสารละลายอาร์ซิเนตที่ความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร และเตรียมสารละลายโซเดียมซัลเฟตที่มีความเข้มข้นของซัลเฟต (SO_4^{2-}) เท่ากับ 0.0 , 0.5 , 1 และ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้ปริมาตรสุทธิแต่ละความเข้มข้นเท่ากับ 100 มิลลิตร ซึ่งจะได้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างอาร์ซิเนตต่อ ซัลเฟต ดังนี้ 1:0 , 1:0.5 , 1:1 และ 1:2 ปรับพีเอชและเดิมโคโคแซนตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.3 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.2 และ เปรียบเทียบผลของของแอนไอออน (SO_4^{2-}) ต่อความสามารถในการดูดซับ

3.4.2.6 ศึกษาการละลายของโคโคแซนแบบเม็ดในสารละลายที่ภาวะต่างๆ ระหว่างทำการทดลองโดยใช้เครื่อง Total Organic Carbon Analyzer

นำสารละลายที่ได้ของทุกภาวะการทดลองมาวัดค่าอินทรีย์คาร์บอนทั้งหมดที่ละลายอยู่ในสารละลาย (Total Organic Carbon : TOC) โดยใช้เครื่อง Total Organic Carbon Analyzer

3.4.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของโคโคแซนแบบเม็ด ระหว่างน้ำเสียสังเคราะห์ และน้ำเสียที่มีสารหนูปนเปื้อน

ตัวอย่างน้ำเสียที่มีสารหนูปนเปื้อน เป็นน้ำทิ้งที่ผ่านกระบวนการบำบัดของโรงงานบำบัดน้ำเสียรวม ในจังหวัดฉะเชิงเทรา ซึ่งการเตรียมน้ำตัวอย่างเพื่อใช้ในการหาปริมาณโลหะละลาย (ตามวิธีของ ASTM : D 2972-93 และ กรมอนามัย กระทรวงสาธารณสุข, 2537) โดยเตรียมน้ำตัวอย่างที่นำมาทดลองให้มีอุณหภูมิเท่าอุณหภูมิห้อง กรองน้ำตัวอย่างด้วยเยื่อกรอง 1.45 ไมครอน ปรับค่าพีเอชของน้ำให้มีค่าเท่ากับค่าพีเอชที่เหมาะสมตามผลการทดลองของน้ำเสียสังเคราะห์ โดยใช้ H_2SO_4 1N และ NaOH 1N แบ่งน้ำตัวอย่างส่วนหนึ่งปริมาตร 100 มิลลิลิตร ไปทำการย่อย (digest) ด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 3 มิลลิลิตร ในบีเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระดาษฟิวส์ ระบายให้แห้งบนเตาไฟฟ้า โดยไม่ให้น้ำตัวอย่างเดือดขณะทำการระเหย เติมกรดไฮโดรคลอริก 1+1 ลงในบีเกอร์ให้มีจำนวนพอที่จะละลายส่วนที่ละลายได้ของส่วนที่เหลืออยู่บนบีเกอร์เพื่อช่วยในการละลาย จากนั้นนำไปปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร นำสารละลายที่ได้มาวัด Hydride Generation Atomic Adsorption Spectroscopy (HG-AAS) เพื่อหาปริมาณอาร์ซีเนตที่มีอยู่

นำตัวอย่างอีกส่วนหนึ่งปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำมาทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับของโคโคแซนแบบเม็ด โดยปรับคุณภาพน้ำให้มีภาวะตามผลการทดลองของน้ำเสียสังเคราะห์ น้ำที่ได้หลังจากการทดลองนำมาทำการย่อยเหมือนน้ำที่แบ่งไปก่อนการทดลอง เพื่อนำสารละลายที่ได้มาวัด Hydride Generation Atomic Adsorption Spectroscopy (HG-AAS) เพื่อหาปริมาณอาร์ซีเนตที่เหลืออยู่ เปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของโคโคแซนแบบเม็ดระหว่างน้ำเสียสังเคราะห์และน้ำเสียที่มีสารหนูปนเปื้อน

3.4.4 ศึกษาวิธีการกำจัดโคโคแซนที่ใช้งานแล้ว โดยวิธี Leaching test

วิธี Leaching test ปรับปรุงจากวิธีของกระทรวงอุตสาหกรรม (2540) ดังนี้

(1) กรณีตัวอย่างวัสดุที่ใช้งานแล้วมีของแข็ง (dry solid) ปะปนในปริมาณที่น้อยกว่าร้อยละ 5 นำมากรองด้วยแผ่นกรองใยแก้ว (glass fiber filter) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

(2) กรณีตัวอย่างวัสดุที่ใช้งานแล้วมีของแข็ง (dry solid) ปะปนในปริมาณที่มากกว่าร้อยละ 5 นำมาบดให้เป็นผงร่อนผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มิลลิเมตร เติมน้ำฝนสังเคราะห์ (synthetic acid rain extraction fluid) ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดซัลฟูริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) จนส่วนผสมมีค่าพีเอชเท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของส่วนผสมให้อัตราส่วนปริมาตรต่อน้ำฝนสังเคราะห์เป็น 20 เท่า มิลลิลิตรของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง จากนั้นนำมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 50 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง กรองสารละลายที่ได้ด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

(3) นำสารละลายที่ได้จากข้อ (1) และ (2) มาหาปริมาณอาร์ซีนิดด้วยเครื่อง HG-AAS เปรียบเทียบผลการทดลองกับค่ามาตรฐานของท้ายประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ.2540) ที่กำหนดเกณฑ์อาร์ซีนิก (ทั้งหมด) ไม่เกิน 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ในกรณีที่ผลการวิเคราะห์ของสารละลายจากสารสกัด (Leachate) มีค่าสูงเกินมาตรฐานที่ระบุไว้ ให้ดำเนินการทำลายฤทธิ์ใหม่ เพื่อให้มีคุณสมบัติตามที่กำหนดไว้